# **EUROPEAN PATENT OFFICE**

## Patent Abstracts of Japan

PUBLICATION NUMBER

04191748

**PUBLICATION DATE** 

10-07-92

**APPLICATION DATE** 

27-11-90

APPLICATION NUMBER

02320653

APPLICANT: CANON INC;

INVENTOR: OKAMURA TATSUJI;

INT.CL.

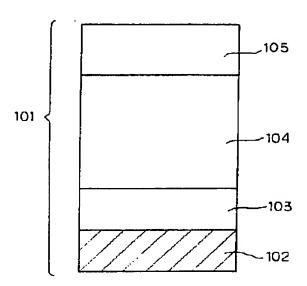
G03G 5/08 C23C 16/24 C23C 16/30

C23C 16/40 G03G 5/08

TITLE

**ELECTROPHOTOGRAPHIC SENSITIVE** 

**BODY AND MANUFACTURE THEREOF** 



ABSTRACT :

PURPOSE: To improve the quality and yield of a photosensitive body by polishing and smoothening projections on the surface of an accumulated film containing a layer consisting of silicon containing a determined quantity of oxygen.

CONSTITUTION: A photosensitive body 101 has an accumulated film containing a layer 104 consisting of a non-monocrystal having Si containing 0.4-20% by atom of O to Si, formed on a base 102 by means of microwave plasma CVD method, and projections on the accumulated film surface are smoothened. The film surface is preferably smoothened by polishing. The layer 104 preferably contains 1-95ppm of F to Si. The thickness of the layer 104 is preferably 30-100% of the accumulated film thickness. As occasion demands, a layer as a light absorbing layer and/or charge injection arresting layer and a layer 105 as a charge generating layer and/or surface layer may be provided thereon.

COPYRIGHT: (C)1992,JPO&Japio

```
T S1/5/1
  1/5/1
DIALOG(R) File 351: Derwent WPI
 (c) 2004 Thomson Derwent. All rts. reserv.
009153042
             **Image available**
WPI Acc No: 1992-280482/199234
XRAM Acc No: C92-124747
XRPX Acc No: N92-214532
 Electro-photoreceptor for electrophotography - produced by introducing
 silicon- and oxygen contg. gases in microwave energy reaction vessel,
 generating plasma, forming sedimentary film and polishing surface
Patent Assignee: CANON KK (CANO
Number of Countries: 001 Number of Patents: 001
Patent Family:
             Kind
                             Applicat No Kind
                                                            Week
Patent No
                     Date
                                                   Date
JP 4191748
                   19920710 JP 90320653
                                                 19901127 199234 B
              Α
                                             Α
Priority Applications (No Type Date): JP 90320653 A 19901127
Patent Details:
Patent No Kind Lan Pg
                         Main IPC
                                     Filing Notes
JP 4191748
              Α
                 24 G03G-005/08
Abstract (Basic): JP 4191748 A
        At least a semidentary film is formed on a substrate. The
    sedimentary film contains a layer comprising a non-single crystal using
    Si as a host and contg. 0.4-20 atomic-%-O per Si atom, and is prepd. by
    microwave plasma CVD. Projections on the surface of the sedimentary
    film are flattened.
         Prodn. of the electrophotoreceptor comprises (a) introducing a raw
    material gas and microwave energy into a reaction vessel allowing
    pressure redn. with the raw material gas comprising a Si-contg. gas and
    O-contg. gas, or Si and O-contg. gas; (b) generating plasma in the
    discharge space in the vessel; (c) forming the sedimentary film on the
    substrate in the vessel; and (d) polishing the surface of the
    sedimentary film.
         USE/ADVANTAGE - Used in electrophotography. A blade and a sepq.
    pawl have reduced wear when the electrophotoreceptor is used for a
    copier or a printer. The electrophotoreceptor has good and stable image
    quality with good yields.
        Dwg.2a/7
Title Terms: ELECTRO; PHOTORECEIVER; ELECTROPHOTOGRAPHIC; PRODUCE;
  INTRODUCING; SILICON; OXYGEN; CONTAIN; GAS; MICROWAVE; ENERGY; REACT;
  VESSEL; GENERATE; PLASMA; FORMING; SEDIMENT; FILM; POLISH; SURFACE
Derwent Class: G08; M13; P84; S06; T04
International Patent Class (Main): G03G-005/08
International Patent Class (Additional): C23C-016/24; C23C-016/30;
  C23C-016/40
```

File Segment: CPI; EPI; EngPI

# ⑲ 日本国特許庁(JP)

# @ 公開特許公報(A) 平4-191748

®Int. Cl. ⁵	識別記号	庁内整理番号	43公開	平成 4 年(1992	97月10日
G 03 G 5/08 C 23 C 16/24 16/30 16/40	3 6 0	7144-2H 8722-4K 8722-4K 8722-4K			
G 03 G 5/08	3 1 4	7144-2H 審査請求	未請求 記	請求項の数 6	(全24頁)

**公発明の名称** 電子写真感光体及びその製造方法

②特 願 平2-320653

②出 願 平2(1990)11月27日

東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キャノン株式会社内 武井 哲也 @発明者 東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キャノン株式会社内 @発 明 者 高井 康 好 東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノン株式会社内 博 和 ⑫発 明 者 大 利 東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キャノン株式会社内 竜次 @発 明 者 岡村 東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キャノン株式会社 勿出 願 人 外1名 弁理士 若 林 70代理人

明 細 舊

#### 1. 発明の名称

電子写真感光体及びその製造方法

#### 2. 特許請求の範囲

1. 基体上に少なくとも、マイクロ波ブラズマCVD法により作成した、珪素原子に対して酸素原子を0. 4原子%以上、20原子%以下含有する、珪素原子を母体とする非単結晶より成る層を含む堆積膜が形成されており、該堆積膜表面にあった突起が実質的に平坦化されていることを特徴とする電子写真感光体。

2. マイクロ波ブラズマCVD法により作成した、珪素原子に対して酸素原子を 0. 4原子 %以上、20原子 %以下含有する、珪素原子を母体とする非単結晶より成る層が、珪素原子に対して弗素原子を1ppm以上、95ppm以下含有していることを特徴とする請求項1に記載の電子写真感光体。

3. マイクロ波プラズマCVD法により作成した、珪素原子に対して酸素原子を0. 4原子%以

上、20原子%以下含有する、珪素原子を母体とする非単結晶より成る層の厚みが、堆積膜厚みの30~100%である請求項1に記載の電子写真感光体。

4. 滅圧にし得る反応容器内に珪素原子を含むたなない。または理素原子を含むガス、または理解が表現のでは、なるのでは、なるのでは、なるのでは、ないのではないでは、ないのでは、ないのでは、ないのでは、ないのでは、ないのでは、ないのでは、ないのでは、ないのでは、ないのでは、ないのでは、ないのでは、ないのでは、ないの

5. 基体上に、珪素原子に対して酸素原子を 0. 4原子%以上、20原子%以下含有する珪素 原子を母体とする非単結晶より成る層を形成する 工程に於て、該層中に珪素原子に対して弗素原子 が1ppm以上、95ppm以下含有されるよう に放電空間中に弗索原子を含むガスを導入することを特徴とする請求項 4 に記載の電子写真感光体製造方法。

6. 基体上に、珪素原子に対して窒素原子を 0. 2原子%以上、12原子%以下含有する珪素原子を母体とする非単結晶より成る層を形成する 工程時、基体の温度が320~500℃である請求項4に記載の電子写真感光体製造方法。

#### 3. 発明の詳細な説明

#### [産業上の利用分野]

本発明は、マイクロ波ブラズマCVD法により、基体上に珪素原子を母体とする非単結晶堆積膜を形成してなる電子写真感光体及びその製造方法に関する。

#### 〔従来の技術〕

従来、電子写真感光体に用いる素子部材として、非単結晶堆積膜、例えば水素又は/及びハロゲン(例えば弗素、塩素等)で補償されたアモルファスシリコン等のアモルファス堆積膜が提案され、その幾つかは実用化されている。

米国特許4,504,518 号に記載されている。該特許に記載の技術は、0.1 Torr以下の低圧によりマイクロ波ブラズマCVD法により高速の堆積速度で良質の堆積膜を得るというものである。

更に、マイクロ波プラズマCVD法により原料ガスの利用効率を改善するための技術が特開昭60-186849号公報に記載されている。 該公報に記載の技術は、概要、マイクロ波エネルギーの導入手段を取り囲むように基体を配置して 内部チャンパー(すなわち放電空間)を形成するようにして、原料ガス利用効率を非常に高めるようにしたものである。

また、特開昭61-283116号公報には、 半導体部材製造用の改良形マイクロ波技術が開示 されている。すなわち、当該公報は、放電空間中 にブラズマ電位制御として電極(バイアス電極) を設け、このバイアス電極に所望の電圧(バイア ス電圧)を印加して堆積膜へのイオン衝撃を制御 しながら膜堆積を行うようにして堆積膜の特性を 向上させる技術を開示している。

こうした堆積膜の形成方法としては従来、ス パッタリング法、熱により原料ガスを分解する方 法(熱CVD法)、光により原料ガスを分解する 方法(光CVD法)、プラズマにより原料ガスを 分解する方法(プラズマCVD法)等、多数知ら れている。中でも、ブラズマCVD法、すなわ ち、原料ガスを直流または高周波、マイクロ波グ ロー放電等によって分解し、ガラス、石英、耐熱 性合成樹脂フィルム、ステンレス、アルミニウム などの基体上に薄膜状の堆積膜を形成する方法は 雲子写真用アモルファスシリコン堆積膜の形成方 法等において、現在実用化が非常に進んでおり、 そのための装置も各種提案されている。特に、近 年堆積膜形成方法としてマイクロ波グロー放電分 解を用いたプラズマCVD法すなわちマイクロ波 ブラズマCVD法が工業的にも注目されている.

マイクロ波ブラズマCVD法は、他の方法に比べ高いデポジション速度と高い原料ガス利用効率という利点を有している。こうした利点を生かしたマイクロ波ブラズマCVD技術の1つの例が、・

これらの従来の技術により比較的厚い光導電性 材料を、ある程度高速の堆積速度と原料ガスの利 用効率で製造することが可能となった。この様に して改良された従来の電子写真感光体製造方法 は、例えば第2-a図の擬断面図、第2-b図の 横断面図で示されている電子写真感光体の生産用 の堆積腹形成装置等によって実施されている。

保持するために導放管203の円筒形の部分、内壁に気密封止されている。204は一端が反応容器201内に開口し、他端が排気装置(図示せず)に運通している排気管である。206は基体205により囲まれた放電空間を示す。 電源211はバイアス電極212に直流電圧を印加するための直流電源(バイアス電源)であり電極212に電気的に接続されている。

こうした堆積膜形成装置を使用した従来の電子 写成感光体製造方法による従来の電子写真感光体の製造は以下の様にして行なわれる。まず以下ではり排気管204を介して、 反応容器201を排気し、反応容器201内の 圧力を1×10" Torr 以下に調整する。つい度 ヒーター207により、基体205の温度に加熱保持する。そこで不図示のガス導入手段を介して、シリンガスを記される。そこで不図示のがスにでは、シリンガス、水素ガスの原料が反応でする。そこで不図示のがスに関係が反応でする。それと同時併行的にマイクロ波を発により周波数2.45 GHz のマイクロ波を発生

マイクロ波ブラズマ C V D 法以外の従来の技術 として、特開昭 5 4 - 1 4 5 5 3 9 には、アモル ファスシリコンを主体とする電子写真感光体の堆 積膜中に窒素原子を含有させる事により電子写真 特性を向上させる技術が開示されている。

また、特開昭62-84965及び特開昭62 -188665には電子写真感光体の表面を研磨 することにより腹厚むらを補正する技術が開示されている。また、特開昭63-311259に は、表面の相さを平滑にすることにより、画像流れを防止する技術が開示されている。

このような従来の電子写真感光体製造方法より、ある程度低コストで、実用的な特性と均一性のある電子写真感光体を得ることが可能になった。また反応容器内の消操を厳格に行えばある程度画像欠陥の少ない電子写真感光体を得ることが可能となった。

#### [発明が解決しようとする課題]

しかし、これら従来の電子写真感光体製造方法 では画像欠陥排除との関連における検討が不充分 で、このため、特に堆積膜の堆積速度の速い領域 では、均一膜質で光学的及び電気的路特性の要求 を満足し、かつ電子写真プロセスにより画像形成 時に画像欠陥の少ない堆積膜を定常的に安定して 高収率(高歩留まり)で得ることが困難であっ t: .

上記従来技術に伴う展大の問題点は、得られる電子写真感光体における画像欠陥の発生である。 具体的には以下の通りである。

従来の R F ブラズマ C V D 法及びマイクロ波ブ ラズマCVD法で製造されたアモルファスシリコ ンによる電子写真感光体の特に大きな市場クレー ムとなる画像欠陥には大別すると2種類ある。一 つ目は、白ポチと呼ばれる、画像上、白い小さな (直径0.1mm·~2.0mm 程度) 画像抜けが起こる現 象である。これらの画像欠陥は電子写真感光体に よっては使用するに連れ徐々にその数が増加する 場合もあるが、その大きさや数が急激には変化し ない事を特徴としている。これらの白ポチで、そ の直径が比較的大きなもの(例えば直径1.0 ㎜以 上)は、画像上一つでもあるとコピーの品質を大 幅に低下させる。また白ポチの直径の比較的小さ なものは、少数ならば実用上支障はないが、数が 多いとやはり問題となる。この為、白ポチの各々 の大きさ別に設けた数量制限の規格により、電子

市場クレームとなるもう一つの画像欠陥として、ポチ彫と呼ばれる現象がある。これは、前述の様な白ポチの周りに、数 mm~数十 mnに渡る影状の像が同時に出る現象で、特にハーフトーン画像で顕著なものとして現われる。この画像欠陥の影状の部分は、電子写真感光体の使用時間や使用環境に於て、その大きさが変化し、又現われたり現われなかったりする事を特徴としている。影の中心の白ポチは必ずしも大きなものではなく、影状

かった。 画像検査工程でハーフトーンの画像を複数枚取ることなどにより発見する確率を増やすこと等の工夫がなされたが、 検査工程を増やす上、これでも完全に欠陥を発見することが可能とは 替えず、 従来はこの点でも品質上完全に満足のいく 状態とは言えなかった。

さらに、従来の電子写真感光体で問題となっていることとしては、複写機のクリーニングプレード、分離爪等の電子写真感光体に接触する部分が電子写真感光体の表面により削れ、機能が低下するため、クリーニング不良、分離不良等が発生することが挙げられる。このため定期的に部品の交換を行う必要があり、部品のコストがかかり、又、サービスマンの負担が大きなものとなってい

本発明の目的は、上述のごとき従来の電子写真 感光体及びその製造方法における諸問題を克服し て、マイクロ波ブラズマ C V D 法により安価に安 定して歩留まり良く高速形成し得る、使いやすい 電子写真感光体及びその製造方法を提供すること の部分が現われない状態では、白ポチの規格によ り合格となって市場に出荷されてしまうケースも 多くあった。

前述のように、ポチ彫はハーフトーン画像で特 に顕著に現われ、他の画像温度ではそれほど目立 たない。一方、従来ほとんどのコピーがラインコ ピー(文字だけよりなる原稿のコピー)であり、 ハーフトーンの部分が全く無かったため大きな問 題とはなっていなかった。しかし、最近、複写機 の画質が向上するにつれ、写真等、ハーフトーン を含む原稿のコピー等の機会が多くなり次第にこ れが問題化する様になってきた。更に近年急速に 増加してきたカラー複写機のように大部分が写真 等のハーフトーンを含む原稿である電子写真装置 では、ハーフトーン上に影状のむらがあると邸分 的に変色したしみ状の画像となるため、これらの 画像欠陥は全く容認されることができない。とこ ろが、従来の電子写真感光体では、出荷前の画像 検査を行っても見逃してしまうことがあったた め、市場でのクレームを皆無にすることができな、

にある。

#### 〔課題を解決するための手段〕

本発明の電子写真感光体は、基体上に少なくとも、マイクロ波プラズマCVD法により作成した、珪素原子に対して酸素原子を0.4 原子%以上、20原子%以下含有する、珪素原子を母体とする非単結晶より成る層を含む堆積膜が形成されており、該堆積膜表面にあった突起が実質的に平坦化されていることを特徴としている。

本発明によれば、非常に画質が良く、かつ画質が安定した電子写真感光体を高い生産性の下供給することが可能となる。

以下に本発明を詳細に説明するが、まず、本発明完成の背景について説明する。

本発明者らは従来の電子写真感光体とその製造方法に置ける前述の問題を克服して、前述の本発明の目的を達成すべく鋭意研究を重ねたところ、以下に述べるような新しい知見を得、これに基づき本発明の完成に至ったものである。

り速やかに基体に抜けてしまうため、その部分だけトナーを引きつけることができず、全面黒の画像では球状突起の位置に対応した白点(白ポチ)として画像欠陥として現われ、画質を低下させてしまう。

更に、同じように白ポチとなる球状突起でも画像欠陥として現われる現象を中心に分類すると以下に示す2つの種類に分類できることを本発明者 らは知った。

(1) 堆積額の途中から成長を始めた球状突起で電気抵抗を残しているため、ある程度電荷を保持している。画像上は白ポチとして現われ影は伴なわない。

(2) 基板直上から成長を始めた球状突起で、表面と基体との間で完全に導通している。この球状突起があると、複写機の内部にいれ画像を形成するために帯電器で帯電するとき、コロナがこのの分に集中してしまい、球状突起周辺に帯電のむらが発生する。ハーフトーン画像でこれが白ボチを取り巻く影状の画像欠陥となって現われるのであ

状または逆円錐状の異常成長が始まっている事が わかった。

これらの球状突起は次のようなメカニズムによ り発生すると考えられる。基体または正常な堆積 膜上に、堆積膜の破片等の異物が乗るとその部分 でのプラズマ中の電位が変化するため、近傍のブ ラズマ空間で生成される、または輸送されてくる 活性種が異なってくる。またこのような異物のた めに活性種の表面での運動が阻害され、堆積膜形 成時の表面反応も異なってくる。そのため従来の 電子写真製造方法に於て、このように異物の上に 成長した堆積膜の部分は他の正常部分と性質が異 なり電子写真的観点から不十分な(特に暗抵抗の 小さな)膜となる。ところで、電子写真感光体を 複写機で実際に使用する場合は、帯電器により電 子写真感光体表面に均一にコロナ帯電を行い、で きた表面電荷のクーロン力によりトナー像を作製 するが、従来の電子写真感光体製造方法により製 造した電子写真感光体では、球状突起周辺に帯電 された表面電荷は前述の暗抵抗の小さな部分を通

る.

本発明者らは、上述の知見に基づき研究を重ね、堆積膜中に特定の層を設けることと堆積膜の形成後に特定の後処理をすることを組み合わせることにより、球状突起が有っても画像欠陥である白ポチは画像に出ずに、且つポチ彫は初期から必ず画像上に現われ検査工程で検知できるようにすることを見い出し、本発明を完成させるに至った。

104層と異なる条件により作製された層(以 下、103層及び105層と呼ぶ。)である。電 子写真感光体101は、堆積膜形成後、研磨手段 により、球状突起の頭部を研磨され、堆積膜表面 は実質的に均一平坦となっている。即ち、光学頭 微鏡観察によれば、電子写真感光体101では、 従来の電子写真感光体製造方法で製造された従来 の電子写真感光体と異なり、大部分の球状突起表 面はほとんど盛り上がらず、他の正常な部分と実 質的に同一の面を成している。具体的には、堆積 膜上に通常、1~20ケノcm²程度の割で生じて いる6~50μm程度の球状突起が平坦化されて おり、実質的に5μm以上の突起が存在していな い状態である。6~10μm程度の突起が残って も、白ポチとして現われなくとも解像能の低下を 招くことがあるため、それらも除去しておくこと が好ましい。本発明において平坦とはこのような 状態をいうが一方、平坦化直後、画像上影として 現われる球状突起の部分は球状突起が完全にえ ぐれ、基体まで届くクレータ(径10~100

山m)となっている。このものは製造後の検査で 欠陥の発見を容易にするものであり、本発明の電子写真感光体は欠陥を除去したものであるから、 最終段階においては前記クレータは残っていない

研磨のもう一つの役割としては、球状突起頭部 を平坦化して、ブレード、分離爪等、電子写真感 光体に直接接触する部品の摩耗を防ぎそれらの部

品の耐久性を上げる役割がある。

更に、白ポチとして現われない小さな(現像の解像能以下)球状突起については、従来では、その頭部の突起のため使用中にコロナ放電時に異常な電位の集中が起こり、絶縁破壊が発生して画像上に新たな白ポチが現われる現象があったが、この現象を無くす役割もある。

 けでは、やはり初期画像検査で一部見逃したまま 市場に出荷してしまい、大きなクレームとなって しまう。

更に、従来の電子写真感光体を研磨しても球状 突起の部分は均一に削ることが難しく表面の平滑 性を出すことができず、ブレードや分離爪の摩耗 性低減の効果は小さかった。

本発明のように、堆積膜中に、マイクロ波ブラズマCVD法により作成した、珪素原子に対して酸素原子を0.4原子%以上、20原子%以下含有する、珪素原子を母体とする非単結晶より成る層を設けることの第1の役割は、堆積膜、特に球状突起の成長過程を変化させることにより、球状突起の電荷保持性能を向上させ、いずれの球状突起も研磨後、画像上に白ポチとして現われなくすることである。

また、ポチ彫の原因となる球状突起については、研磨後その球状突起を必ず引き抜くことが可能となる。この為この球状突起は研磨後画像上では非常に大きな白ポチとなり、初期の画像検査で

必ず判別できるようになるのである。

更に、前記珪素原子を母体とする非単結晶より成る層が、珪素原子に対して弗索原子を1 ppm 以上、95ppm 以下含有している場合は、前述の効果がより顕著となり好ましいといえる。

このように、特定の堆積額形成の工程と、堆積 腹形成後の研磨工程とを合わせ、その相乗効果に より、はじめて前述の従来技術の問題点をすべて 解決することができるのである。

本発明の電子写真感光体では、基体上に堆積した堆積膜の総膜厚はいずれでも良いが、5μm以上、100μm以下、更に好ましくは10μm以上、70μm以下、最適には15μm以上、50μm以下に於て、電子写真感光体として特に良好な画像を得る事ができる。104層の厚さは、基体上の堆積膜の総膜厚の30%以上、100%以下の時に本発明の効果が大きい。

本発明に於て104層中の酸素原子の量は、 104層中の珪紫原子の量に対して0.4原子%以

定はされない。

次に本発明による電子写真感光体を実際に本発明の電子写真感光体製造方法により形成する手順の一例を、第2-a図、及び、第2-b図に示す堆積順形成装置により以下に説明する。

まず真空ポンプ (図示せず) により排気管204を介して、反応容器201を排気し、反応

上、20原子%以下、更に好ましくは0.7原子%以上、14原子%以下、最適には1原子%以上、7原子%以下である。

更に、好ましくは 1 0 4 暦は弗累原子を含むが、10 4 暦中の弗素原子の量は、10 4 暦中の珪素原子の量は、10 4 暦中の珪素原子の量に対して 1 ppm 以上、9 5 ppm 以下、更に好ましくは 2 ppm 以上、9 0 ppm 以下、最適には 3 ppm 以上、8 0 ppm 以下である。

更に、104層は第1-b図の様に相異なる、連続してまたは分離して堆積膜中に積層された、複数の層より構成されていても本発明は有効である。

本発明に於て、103層及び105層は必要により形成するものであり、非単結晶、結晶質またはそれらの混在のいずれのものより構成されてても良い。103層及び105層の成分としては、電子写真特性を阻害しないものならば、発素、ゲルマニウム、窒素、酸素、水素、非素、ほう素、煩等、いずれの元素からなっていまり、酸素を含んでいたときも含有率は特に限

容器201内の圧力を1×10<sup>-1</sup> Torr 以下に 調整する。ついでヒーター207により、基体 205の温度を250℃に加熱保持する。そこで 原料ガスを不図示のガス導入手段を介して、アモ ルファスシリコンの原料ガスとしてシランガス、 ドーピングガスとしてジポランガス、希釈ガスと してヘリウムガス等の原料ガスが反応容器201 内に導入される。それと同時併行的にマイクロ波 電源 (不図示) により 周波数 2.45 GHz のマイク 口波を発生させ、導波管203を通じ、誘電体窓 202を介して反応容器201内に導入される。 更に放電空間206中のバイアス電極212に電 気的に接続された直流電源211によりバイアス 電極212に基体205に対して直流電圧を印加 する。かくして基体205により囲まれた放電空 間206に於て、原料ガスはマイクロ波のエネル ギーにより励起されて解離し、更にパイアス電極 212と基体205の間の電界により定常的に 基体205上にイオン衝撃を受けながら、基体 205表面に堆積膜が形成される。この時、基体

205が設置された回転軸209をモーター210により回転させ、基体205を基体母線方向中心軸の回りに回転させることにより、基体205全周に渡って均一に第1-a図の103に相当する堆積膜層を形成する。

次にヒーター207に通電する電流を増やし基体の温度を360℃に昇温させ保持する。そこに103層形成時と同様の手順で、珪素原子供給の原料ガスとしてシランガス、酸素原子の添加剤として酸素ガス、弗素の添加剤として悪化珪素、希釈ガスとしてヘリウムガス等の原料ガスが反応容器201内に導入され、第1-a図の104に相当する層を形成する。

最後に、基体温度を再び250℃に戻し、原料 ガスとしてシランガスを減らし、酸素ガスを増や し、弗化珪素ガスを止め、同様の手順で第1-a 図の105に対応する層を形成する。

以上のようにして基体上に特定の条件下で形成 された層を含む堆積膜を形成した後、この堆積膜 中の球状突起を第3図の概略図で示す研磨装置に

次に、回転数が可変のモーター310及び311を回転し、研磨を開始する。研磨テープ308の送り速度は例えば10mm/min、被研磨部材である電子写真感光体305の回転速度は300mm/secとする。この研磨テープ308の送り速度と電子写真感光体305の回転速度の差分により研磨が実行される。

上記の条件の下で5分間程度研磨を行い、モーター310及び311の回転を止め、研磨を終了する。研磨が終了した電子写真感光体305はクランプ303を緩め、研磨ユニット302を上方に上げた後、研磨装置301から取り外す。

次に、本発明に係る各構成要素について説明する。

本発明の104層の形成にあたり、堆積膜中に 珪素原子を含有させるための原料ガスとしては、 シラン(Si H。)、ジシラン(Si H。)等の 珪素原子を含むガス、またはそれらの混合ガスが 挙げられる。

104層に酸素原子を添加するガスとしては、

より以下の手順で研磨し平滑化する。研磨装置と しては第3図に示したものに限らず、同様の作用 効果を奏するものであればどのような構造でもよ い。まず研磨装置本体301中の研磨ユニット 302を上方に上げ、クランプ303により固定 しておく。堆積膜形成工程を終えた電子写真感光 体305は支持体304と組み合わされ、シャフ ト306に固定される。ついでクランプ303を **綴め、研磨ユニット302を下方に降ろし、圧接** ローラー307により研磨テープ308を電子写 真感光体305に圧着する。研磨テープ308と してはポリエステルフィルム上に平均粒径8μm の炭化珪素粉末を塗布したもの等を用いうる。圧 接ローラー307は表面にウレタンゴム(JIS 硬度:80)を被覆したもの等を用いうる。この 時、圧差用のバネ309を調節して、圧接ローラ 一307を介して研磨テープ308を電子写真感 光体305に圧着させる圧力を例えば線圧40g /cm、接触巾(以降「ニップ巾」と略称する。) を 0.5 mm とする。

酸素ガス(O」)、一酸化窒素(NO)、二酸化窒素(NO」)、酸化二窒素(N」O)、一酸化炭素(CO)、二酸化炭素(CO」)等のガスまたはこれらの混合ガスが挙げられる。

104層中に弗素原子を添加するガスとしては、四フッ化珪素(SiFa)、(NFa)等の 弗化物またはこれらの混合ガスが挙げられる。

本発明に於て104層を堆積中に放電空間に導入する酸素原子を含むガスの量は、104層中に酸素原子が、104層中の珪素原子の量に対して0.4原子%以上、20原子%以下、更に好ましくは0.7原子%以上、14原子%以下、最適には1原子%以上、7原子%以下含有される量が本発明では有効である。

本発明に於て104層を堆積時に放電空間に導入する弗素原子を含むガスの量は、形成された104層中に弗素原子が、104層中の珪素原子の量に対して1ppm 以上、95ppm 以下、更に好ましくは2ppm 以上、90ppm 以下、最適には3ppm 以上、80ppm 以下含有される量が本発明で

は有効である.

なお、本発明に於て、膜中の珪素原子、酸素原子、弗素原子等の含有量の定量方法はいずれの分析方法でもよいが、化学分析法、XMA、オージェ、SIMS等の分析方法を定量する元素の種類、含有量に応じ単独にまたは併用して用いる事が好ましい。

本発明に於て珪素原子含有のガス、酸素原子含 ・有のガス及び弗素原子含有のガスを同時に導入す るのであれば、特性が大幅に劣化しない限り 104層形成時に、他のいかなるガスを導入する ことも可能である。

例えば、ドーピングを目的としてジボラン(B・H・)、フッ化ほう素(BF・)、ホスフィン(PH・)等のドーパントガスを同時に放電空間に導入しても本発明は同様に有効である。また、希釈ガスとしては水素(H・)、アルゴン(Ar)、ヘリウム(He)等を多量に導入することも有効である。更に、窒素原子、炭素原子などを含む気体を意識的に導入する場合、または不

本発明に於て、104層形成時のマイクロ波電力は、放電を発生させることができればいずれでも良いが、100W以上、10kW以下、好ましくは500W以上、4kW以下が本発明を実施するに当たり適当である。

本発明に於て、104層形成中に放電空間に電 E (バイアス電圧)を印加することは有効であ り、少なくとも基体に陽イオンが衝突する方向に 電界が掛かることが好ましい。バイアスを全く掛 純物として混入してしまう場合も本発明の効果は 有効である。

本発明では、104層を堆積中の放電空間の圧力のいかんにかかわらず効果が現われるが、特に0.5 mtorr 以上、100mtorr 以下、好ましくは1 mtorr 以上、50mtorr 以下に於て、放電の安定性及び堆積膜の均一性の面で特に良好な結果が再現良く得られる。

本発明で104層を堆積時の基体温度は、 150℃以上、500℃以下の範囲で有効である が、特に320℃以上、500℃以下、好ましく は340℃以上、450℃以下、最適には360 で以上、400℃以下に於て著しい効果が得られ

本発明における基体の加熱方法は、真空仕様である発熱体であればよく、より具体的にはシース状ヒーターの巻き付けヒーター、板状ヒーター、セラミックスヒーター等の電気抵抗発熱体、ハロゲンランプ、赤外線ランプ等の熱放射ランプ発熱体、液体、気体等を温媒とし熱交換手段による発

けない場合、本発明の効果は低減してしまうため、 D C 成分の電圧が 1 V 以上、 5 0 0 V 以下、好ましくは 5 V 以上、 1 0 0 V 以下であるバイアス電圧を堆積膜形成中に印加することが、 本発明の効果を得るためには望ましい。

更に、第1-b図の様に104層が、いずれも上述の条件を満たすような、相異なる、連続してまたは分離して堆積膜中に積層された、複数の層より構成されていても本発明は有効である。

103層及び105層の形成方法も真空蒸着、スパッタ、熱CVD、プラズマCVD等いずれのものでも良い。中でも、103層及び/または105層を、104層と同様の珪素含有のガスを原料ガスの1つとして用い、マイクロ波ブラズマCVD法により作製する事は、装置上構成が簡単となり、工程数の低減と歩留まりの向上が計れるため特に領ましい。

更に、103層及び/または105層が全く無い構成も本発明では有効である。

本発明に於て、マイクロ波導入のための誘電体

窓の材質としてはアルミナ(AliOi)、窒化アルミニウム(AlN)、窒化ポロン(BN)、窒化 珪素(SiN)、炭化珪素(SiC)、酸化珪素(SiOi)、酸化ベリリウム(BeO)、テフロン、ポリスチレン等マイクロ波の損失の少ない材料が通常使用される。

基体材料としては、例えばステンレス、A1、Cr、Mo、Au、In、Nb、Te、V、Ti、Pt、Pd、Fe等の金属、これらの合金または表面を導電処理したポリカーボネート等の合成樹脂、ガラス、セラミックス、紙等が通常使用される。

基体の形状は任意の物で良いが、複数の基体で放電空間を取り囲む構成の堆積膜形成方法に於ては特に円筒形の物が本発明に最適である。基体の大きさには特に制限はないが、実用的には直径20mm以上、500mm以下、長さ10mm以上、1000mm以下が好ましい。

複数の基体で放電空間を取り囲む構成の堆積膜 形成方法に於ては基体の間隔は1mm以上、50mm

的には、1μm以上、20μm以下が望ましい。

研磨材の微粉末を塗布するベース材料としてはフィルム状の形状のものならばいずれでも良、ポリアミド、ポリエステル、ポリウレタン、ポリスチレン、ポリオレフィン、ポリスチレン、ポリカーン、ポリアクリロニトリル、ポリピニルアルコール、ポリシアン化ビニリデン等の有機高分子・軽量且つ強度もあること、安価で大量生産が可能で環境変化に強い等の理由により有機高分子フィルムが最適である。

本研磨装置に用いられる圧接ローラーとしては、いずれの材質でも良いが、圧接ローラーが必要以上に堅い場合には研磨テーブによる傷が被研磨部材である電子写真感光体に発生し、又、必要以上に柔らかい場合には圧接圧力が研磨テーブにはたまらず、実質的に研磨速度の低下を招くため、例えば表面をシリコンゴムあるいはウレタンの材料で被覆したものが望ましい。更に、圧接圧力

以下が好ましい。基体の数は放電空間を形成できるならばいずれでも良いが3本以上、より好ましくは4本以上が適当である。

本発明は、マイクロ波を使用するいずれの電子写真感光体製造方法にも適用が可能であるが、特に、放電空間を囲むように基体を設け、少なくとも基体の一端側から導波管によりマイクロ波を導入する構成により堆積膜を形成する場合大きな効果がある。

本発明における研磨手段としては、どのような 態様でも有効だが、研磨材を塗布した研磨子の時 を用いる場合特に効果が大きい。この時 研磨材としてはシリカ(SiOェ)、炭化ルシリカ(SiO)、炭化鉄(Fe₂〇。)、酸化セリウ (SiC)、窒化炭素(C。N。)、酸化セリウ ム(CeO)等の微粉末がある。研磨研磨、大・ウム としては、平均粒径が小さすぎるとののでは、平均な研磨時間のはまる。 低でしては、平均な研磨時間のはまる。 が突起以外の部分にも影響を与えてしまう。

に応じて研磨テープと電子写真感光体との間で、適切な量のニップ巾をもたせることが可能なローラーが好ましい。この時ニップ巾としては、0.01mm以上、3mm以下が望ましい。圧接圧力としては線圧として10g/cm以上、500g/cm以下が望ましい。

更に、圧接ローラーの代わりに凸型に湾曲した 圧接部材を用いても良い。

更に本発明の研磨手段として、溶剤に分散させ た研磨材を用いる方法も可能である。この時好速な研磨材としてはシリカ(SiO2)、炭化サナ (Al2O3)、酸化鉄(Fe2O3)、炭化セリナ (SiC)、窒化炭素(C3N。)、炭化セリウ ム(CeO)等の微粉末がある。研磨材の平均粒 径としては、平均粒径が小さすぎると研磨で大を招き、大 が低いま質的な研磨時間の増大を招き、大 がいると研磨速度が非常に速くなり、目的とす 状突起以外の部分にも影響を与えてしまう。 が望ましい。

溶剤として研磨材が分散可能であればいずれの

液体でも良いが、取り扱いの容易さから特に水が 好ましい。研磨材の濃度は流動性と研磨速度の最 適化のため、体積比率で5%以上、50%以下が 望ましい。研磨材を分散した溶液を保持する部材 は、溶液を保持できるならばいずれでも良いが、 実用上特に布、紙等、繊維質のものが望ましい。

保持部材の形状としてはいずれでも良く、ローラー状、平面状、円筒形の電子写真感光体を包み込むような曲面を持ったもの等が挙げられる。この時ニップ中としては、 0.1 mm 以上、100 mm 以下が望ましい。圧接圧力としては1g/cm²以上、1000g/cm²以下が望ましい。

いずれの研磨手段でも、被研磨材である電子写真感光体の回転速度は1mm/sec以上、1000mm/sec以下が望ましい。研磨時間は10秒以上、60分以下、好ましくは1分以上、10分以下が本発明を実施するに当たり適当である。

このような研磨手段によれば球状突起部分を選択的に削ることが可能で、具体的には球状突起は 1 μ以上、代表的には 1 0 μ程度削れ、他の部分

して、堆積膜中に珪素原子に対して弗素原子が 5 Oppm 含有されるよう弗化珪素を 1 sccm放電空間中に導入し、 1 O 4 暦形成時の基体温度は 3 5 Oでに保持した。

更に、堆積膜形成後、第3図で示す研磨装置によって堆積膜中の球状突起を研磨した。この結果得られた堆積膜表面を光学顕微鏡で観察したところ、5μm以上の突起はほとんど認められず、と質的に平坦な表面であった。値し、径30μm程度のクレータ状の穴が認められるものもあったが、このものは事前の画像検査で排除した。その他の詳細な手順は、前述の本発明による電子写真感光体製造方法の手順に従った。

この様にして得られた堆積膜を分析したところ、酸素原子及び弗素原子は、103層及び105層のいずれの層にも検出されなかった。

但し、104暦中の B₂H。量は、残留電位が発 生しない範囲で帯電能が最大になるように電子写 真感光体の電子写真特性を見ながら、0~200 ppa の範囲で調整した。 (正常な表面層)は100点以下、代表的には数 十点程度しか削れないようにすることができる。 (実施例)

以下、本発明の効果を、実施例を用いて具体的に説明するが、本発明はこれらにより何ら限定されるものではない。尚、得られた電子写真感光体の評価にあたり、製造された感光体はすべてキャノン社製複写機NP7550の改造機により事前に画像検査を施し、わずかでも影をともなう白ポチが現われたものは予め排除した。

#### 実施例1

本発明の電子写真感光体製造方法により本発明のアモルファスシリコン電子写真感光体を製造しいででいた。まず、第2-a図及び第2-b図で示す堆積膜形成装置を用い、第1-a図に示す3層構成の堆積膜を基本にい、第1-a図に示す3層構成の堆積膜を基体は上に形成した。本実施例では、104層中に含有形成時に導入する酸素がス量を変化させた。この時、全ての条件に於て、104層形成中の条件に於て、104層形成中の条件に於て、104層形成中の条件に於て、104層形成中の条件に於て、104層形成中の条件に於て、104層形成中の条件に於て、104層形成中の条件に

これらの電子写真感光体をキヤノン社製復写機NP7550改造機にいれ、各種の画像を形成して評価した。それらの結果を第2表に示す。なお、表中の記号は各々、以下の事を示している。

#### (1)白ポチの評価

全面べた黒の画像で評価。

- 〇 ··· 問題となる大きさの白点が全く認め られない。
- △…問題となる大きさの白点がわずかに 扱められる。
- ×…問題となる大きさの白点が多数認め られる。

## (2)ポチ影の評価

初期検査で合格の感光体20本について1万枚の画像通紙テストを行い1枚でもポチ 形が発生した感光体の割合を%表示で示す。

一方、従来例として従来の電子写真感光体製造 方法により従来のアモルファスシリコン電子写真 感光体を製造した。基体上に堆積膜の形成は、第 2 - a 図及び第2 - b 図で示す堆積膜形成装置を用い、第3 装の条件により行い、第5 - a 図に示す3 層構成の堆積膜を形成した。本例では、堆積膜形成後球状突起の研磨は行わなかった。この様にして作成した電子写真感光体を実施例1 と同様の方法で評価した結果を従来例として同じく第2 表に示す。

第2表より明らかなように、本発明の電子写真 感光体製造方法で得られた本発明の電子写真感光 体は、104層中に、酸素原子を0.4原子%以 上、20原子%以下含有する時、従来の電子写真 感光体製造方法で得られた従来の電子写真感光体 に比べ画像欠陥について非常に良好な効果が得ら れた。

#### 爽施例 2

本発明の電子写真感光体製造方法により本発明のアモルファスシリコン電子写真感光体を製造し評価を行った。まず、第2-a図及び第2-b図で示す堆積展形成装置を用い、第1表の条件に従い、第1-a図に示す3層構成の堆積膜を基体上

電空間中に全く導入せずに104層を形成する事により、104層に弗素原子を含有させない場合も本発明は実用上は使用可能である。 しかし、104層中に弗素原子が1pp╸以上、95pp。 以下となるように原料ガス中に弗素原子を含むガスを導入した時に本発明は特に良好な効果が得られた。これら結果は104層中の酸素の量を1原子%から7原子%の範囲で変えてもまったく同様であった。

#### 実施例3

本発明の電子写真感光体製造方法により本発明のアモルファスシリコン電子写真感光体を製造りを発達しまず、第2~a図及び第2~b図で示す堆積膜形成装置を用い、第1~a図を発性を開い、第1~a図に示す3層構成の堆積膜を整成とした。本実施例では、104層の形成時の基体温度を変化させた。この時、全ての機能に発展を変化させた。この時、全ての機能に発展を変化させた。この時、全ての機能に発展を変化させた。この時、全ての機能に発展を変化させた。この時、全ての表には、104層形成時の条件として、堆積に対して、単原子に対して酸素原子が4.0原子%、且び非化原子が50ppm 含有されるよう酸素ガス及び飛

この様にして得られた堆積膜を分析したところ、酸素原子及び弗素原子は、103層及び 105層のいずれの層にも検出されなかった。

この様にして作成したアモルファスシリコン電子写真感光体を実施例1と同様にして評価し、得られた結果を第4表に示す。第4表より明らかなように、弗素原子を含むガスを原料ガスとして放

珪素ガスを放電空間中に導入した。更に、堆積膜 形成後、第3図で示す研磨装置によって堆積膜中 の球状突起を実施例1同様に研磨した。その他の 詳細な手順は、前述の本発明による感光体製造方 法の手順に従った。

この様にして得られた堆積膜を分析したところ、酸素原子及び弗素原子は、103層及び 105層のいずれの層にも検出されなかった。

この様にして作成したアモルファスシリコン電子写真感光体を実施例1と同様にして評価し、初られた結果を第5表に示す。第5 表より明らかなように、104 層中の形成時の基体温度が、320 で以上、500 で以下に於て本発明は特に良好な効果が得られた。これらの効果は、104 層中の酸素量を1 原子%から7 原子%の範囲で変えても、また、弗素量を3 ppm から80 ppm の範囲で変えてもまったく同様であった。

#### 実施例4

本発明の電子写真感光体製造方法により本発明 のアモルファスシリコン電子写真感光体を製造し 評価を行った。まず、第2- a 図及び第2- b 図で示す堆積限形成装置を用い、第6表の条件に従い、第1- d 図に示す 3 層構成の堆積膜を基体上に形成した。本実施例では、104(B) 層と105 層の厚さを変え画像性の検討を行った。但し、堆積膜の総膜厚は20μm、30μm、40μmについて検討した。

但し、104層中の B2Ha 量は、残留電位が発

形成する工程を含む堆積膜を形成する工程と、堆積膜形成後、堆積膜中の球状突起を研磨する工程よりなる本発明による電子写真感光体製造した。堆積膜の形成工程は、第2-a図、第2-b図に元寸堆積膜形成装置を用い、第8表の条件で行った。以前述と同様の方法及び基準により行った。このはほして作成したアモルファスシリコン電子写真的特性の評価を以下のようにして行った。

作成した電子写真感光体をキヤノン社製複写機 NP7550を実験用に改造した複写装置にいれ、通常の復写プロセスにより転写紙上に画像を作製した。但し、この時、帯電器に6kVの電圧を印加しコロナ帯電を行った。

細線再現性:白地に全面文字よりなる通常の原稿 を原稿台に置きコピーした時に得ら れた画像サンプルを観察し、画像上 の細線が途切れずにつながっている 生しない範囲で帯電能が最大となるように電子写真感光体の電子写真特性を見ながら調整した。

この様にして得られた堆積膜を分析したところ、105層中に、酸素原子及び弗素原子は検出されなかった。

この様にして作成したアモルファスシリコン電子写真感光体を実施例1と同様にして評価し、得られた結果を第7表に示す。第7表より明らかなように、104層の総膜厚が感光体101の総膜厚の30%以上、100%以下に於て本発明は良好な効果が得られた。これらの効果は、104(A)層及び104(B)層中の酸素量を1原子%から7原子%の範囲で変えてもまったく同様であった。

次に、本発明を更に具体的な実施例及び比較例 により説明する。

実施例 5、比較例 1 及び 2

実施例 5

マイクロ被ブラズマCVD法により特定の層を

か評価した。但しこの時画像上でむ らがある時は、全画像領域で評価し 一番悪い郎分の結果を示した。

◎ ---良好。

〇一一郎途切れあり。

△…途切れは多いが文字として認識できる。

×一文字として認識できないものも ある。

白地かぶり:白地に全面文字よりなる通常の原稿 を原稿台に置きコピーした時に得られた画像サンブルを観察し、白地の 部分のかぶりを評価した。

◎…良好。

〇…一郎僅かにかぶりあり。

△ ··· 全面に渡りかぶりがあるが文字 の認識には支障無し。

× … 文字が読みにくい程かぶりがある。

画像むら :全面ハーフトーンの原稿を原稿台に

置きコピーした時に得られた画像サ ンプルを観察し、過欲のむらを評価 した。

◎ -- 良好。

〇…一郎僅かな遺谈の差有り。

△…全面に渡り歳淡の差があるが文字の認識には支降無し。

× … 文字が読みにくい程むらがある。

白ボチ : 黒原稱を原稿台に置きコピーした時 に得られた画像サンブルの同一面積 内にある白点の数により評価を行っ た。

◎…良好。

〇…一郎小さな白点有り。

△··・全面に白点があるが文字の認識 には支障無し。

× … 文字が読みにくい程白点が多い。

耐久性 :初期検査により選別後の電子写真感

か、分離爪摩耗による紙の分離不良 が発生するまで連続的に通紙耐久を 行い、通紙枚数を市場でのサービス マンの出動実績と比較した。

- ◎ ···他の定期交換部品の補償枚数以上であった。
- 〇…定期点検で充分対応可能な枚数であった。
- △…サービスマンが定期点検以外に呼ばれる可能性のある枚数であった。
- , × ··· サービスが困難な枚数であった。

なお、本実施例で作製した電子写真感光体について全ての評価が終了後、各層の組成を分析したところ、酸素原子は103層及び105層中には認められず、104層中には珪素原子に対して4.0原子%含有されていた。弗森原子は103層、105層中には認められず、104層中には珪素原子に対して50ppm含有されていた。

光体を復写機にいれ、1万枚通紙耐 久後次のようにして評価した。

◎…白ポチが全く増加していない。

- 〇 --- 白ポチがわずかに増加している。`
- △…白ポチがかなり増加しているが 実用上支障無し。
- × … 文字が読みにくい程白ポチが増加した。

ポチ影 : 初期検査により選別後の電子写真感 光体を複写機にいれ、1万枚通紙耐 久後次のようにして評価した。

全面ハーフトーンの原稿を原稿台に置きコピーした時に得られたは画像と、他の部分とは画像像度の異なる部分が白ポチを取り囲んでいる様な画像欠陥が1つで陥めると不可として、この画像欠陥が発生した悪光体の割合を%で示した。

サービス性:ブレード傷によるクリーニング不良

#### 比較例1

なお、本比較例で作製した電子写真感光体について全ての評価が終了後、各層の組成を分析したところ、酸素原子は503中には珪素原子に対して2原子%含有され、504層及び505層中には全く認められなかった。弗素原子は503層、504層及び505層のいずれの層にも含有されていなかった。

#### 比較例2

RFブラズマCVD法による堆積度の形成の工程と、堆積度表面の研磨工程より成る従来の感光体製造方法により従来の電子写真感光体を製造した。

その作製したアモルファスシリコン電子写真感 光体を実施例 5 と同様の評価を行った。

実施例 5、比較例 1 及び比較例 2 の結果を併せ

製造した。まず、第2-a図及び第2-b図まで 示す堆積膜形成装置を用い、第11 扱の条件に従い、第1-e図に示す4層構成の堆積膜を基体上 に形成した。更に、堆積膜後、第3図で示す研磨 装置によって実施例1と同様に堆積膜中の球状突 起を研磨した。その他の詳細な手順は、前述の本 発明による感光体製造方法の手順に従った。

こうして得られた電子写真感光体を実施例 5 と 同様の手順で評価した。その結果、実施例 5 と同様、本発明の電子写真感光体製造方法で作成した 電子写真感光体では画像性について非常に良好な 結果が得られた。

なお、本実施例で作成した電子写真感光体について全ての評価が終了後、各層の組成を分析したところ、酸素原子は珪素原子に対して103層中には10原子%、104層中には2.5原子%合有され、105(A)層及び105(B)層中には300ppm 各々含有され、103層及び中には300ppm 各々含有され、103層及び

て那10表に示す。第10表に示されるようにい ずれの項目に於ても、本発明では非常に良好な結 果が扱られた。

#### 比較例 3

比較例2と同様の手順で従来の電子写真感光体を作製した。但し、この時の層構成としては、第5-b図または第5-c図で示すものとした。両図において、502は基体、503は電荷往入阻止層、504は光導電層、505は表面保護層、506は電荷輸送層、507は電荷発生層を示している。

電荷往入阻止層503、電荷輸送層506、電荷発生層507の少なくともいずれか1つの層の中に珪素原子に対して0.4原子%から20原子%の範囲で酸素を含有させたが比較例2と同様、本発明で得られたような画像欠陥の低減に対する効果は認められなかった。

#### 実施例 6

実施例5とは層構成を変え、本発明の電子写真 感光体を本発明の電子写真感光体製造方法により

105 (A) 暦中には全く含有されていなかった。

#### 実施例7

酸素原子の原料ガスとして酸素ガスに代え二酸化炭素を用い、本発明の電子写真感光体を本発明の電子写真感光体を本発明の電子写真感光体製造力法により製造した。まず、第2-a図及び第2-b図で示す堆積膜形成 養置を用い、第12表の条件に従い、第1-a図に示する層構成の堆積膜を基体上に形成した。更に、堆積膜形成後、第3図で示す研磨装置がある。 で実施例1と同様に堆積膜中の球状突起を研磨した。その他の詳細な手順は、前述の本発明による感光体製造方法の手順に従った。

こうして得られた電子写真感光体を実施例5と 同様の手順で評価した。その結果、実施例5と同様、本発明の電子写真感光体製造方法で作成した 電子写真感光体では画像性について非常に良好な 結果が得られた。

なお、本実施例で作製した電子写真感光体について全ての評価が終了後、各層の組成を分析した

ところ、酸素原子は珪素原子に対して 1 0 4 (A) 層及び 1 0 4 (B) 層中にはいずれも1.2 原子%含有され、1 0 5 層中には含有されていなかった。 弗森原子は珪素原子に対して 1 0 4 (A) 層及び 1 0 4 (B) 層中にはいずれも5 0 ppm 含有されていて、1 0 5 層中には全く含有されていなかった。

#### 实版例8

第8表の条件により、実施例5と全く同様の工程により基体上に堆積膜を形成した後、第4図に示す研磨装置により以下の手順で電子写真感光体の球状突起を研磨した。

まず 研磨装置本体 4 0 1 中の 研磨ユニット 4 0 2 を上方に上げクランブ 4 0 3 により固定しておく。 堆積膜形成工程を終えた電子写真感光体 4 0 5 は支持体 4 0 4 と組み合わされ、シャフト 4 0 6 に固定される。ついでクランブ 4 0 3 を緩め、研磨ユニット 4 0 2 を下方に降ろし、研磨ローラー 4 0 7 を電子写真感光体 4 0 5 に圧着する。研磨ローラー 4 0 7 の表面の材質として布を

た後、研磨装置401から取り外した。以上のようにして研磨を終了した電子写真感光体は、その表面をイオン交換水にて洗浄し、表面に残存している研磨液を取り除き、続いて温度40℃の乾燥室に1時間放置して表面の水分を取り除いた。

こうして得られた電子写真感光体の堆積膜表面は実施例1と同様平坦なものであり、これを実施例5と同様の手順で評価した。その結果、実施例5と同様、本発明の電子写真感光体製造方法で作成した電子写真感光体では画像性について非常に良好な結果が得られた。

用いた。この時、任差用のバネ 4 0 9 を 調節して、研磨ローラー 4 0 7 を電子写真感光体 4 0 5 に圧着させる圧力を 1 0 g / cm²、ニップ巾を 1 0 mgとした。

上部タンク408に著えられた、研磨材として平均粒径が8μmの炭化珪素を体積比率30%の過度で水に分散した研磨液413をバルブ414で流量を調節しながら、注入管415を通して研磨ローラー407に滴下した。研磨液の滴下と同時に、回転数が可変のモーター410及び411を回転し、研磨を開始する。研磨ローラー407の回転速度は10㎝を開始する。研磨部材である電子写真感光体405の回転速度は10㎝を建度とでまた。研磨ローラー407の回転速度とでまた。研磨ローラー407の回転速度がまた。

上記の条件の下で5分間研磨を行い、モーター410及び411の回転を止め研磨を終了する。 研磨が終了した電子写真感光体405はクランプ403を緩め、研磨ユニット402を上方に上げ

第 1 表

形構成 成膜条件	103	104	105
原料ガス流量			
SiH.	350 sccm	3 5 0 sccn	7 0 sccm
Не	100 sccm	1 0 0 sccm	1 0 0 sccm
B z H e	IOOOppm	*	Оррип
CH.	150 sccm	Oscom	350 sccm
SiF.	O sccm	*	0 sccm
0 2	Osccm	*	O sccm
基体温度	250℃	*	250℃
圧力	4. Omtorr	4. Omtorr	4. Omtorr
マイクロ波電力	1000W	1000W	1000W
バイアス電圧	7 O V	7 O V	7 O V
<b>周</b> 阵	3 μ =	20μ=	0. 5 дв

※ 本文中に記載

第 2 表

		,
酸素量 (原子%)	白ボチ	ポチ影 (%)
0	×	35
0. 3	×	3.0
0. 4	Δ	ົວ
0.6	Δ	5
0.7	Δ	0
0. 9	Δ	0
1.0	0	0
3. 0	O	0
7. 0	0	0
7. 5	Δ	0
14.0	Δ	0
15.0	Δ	5
20.0	Δ	5
22. 0	×	2 5
従 来	×	30

第 3 表

層構成 成膜条件	503	504	505
原料ガス流量			
SiH.	3 5 O sccm	3 5 0 sccm	7 O sccm
Нe	100sccm	I O O sccm	100sccm
B z H s	1000ppm	Оррт	Орра
NO	l Osccm	O sccm	Oscon
CH.	0 sccm	O sccon	3 5 0 sccm
·SiF.	Oscom	0 scc≠	0 sccm
基体温度	250℃	250℃	250℃
圧力	4. Omtorr	4. Omtorr	4. Omtorr
マイクロ波電力	1000W	1000W	1000W
バイアス電圧	7 O V	7 O V	7 O V
層 厚	3 и п	20 µm	0.5μm

第 4 表

弗 <mark>素</mark> 量 (mqq)	白ポチ	ボチ影 (%)
0	Δ	15
0. 5	Δ	20
1.0	Δ	5
1.5	Δ	5
2. 0	Δ	0
2. 5	Δ	0
3. 0	0	0
50	0	0
80	0	0
8 7	Δ	0
90	Δ	0
93	Δ	5
9 5	Δ	5
100	×	20

第 5 表

		,	
	基体温度 (℃)	白ポチ	ポチ影 (%)
	200	Δ	15
	250	Δ	20
	300	Δ	. 20
	320	Δ	5
	330	Δ	5
	340	Δ	0
	350	Δ	0
	360	0	0
i	380	0	0
	400	0	· 0
	430	Δ	0
	450	Δ	0
	480	Δ	5
	500	Δ	5
	530	×	25
_			

第 6 表

居構成 成膜条件	104 (A)	104 (B)	105
原料ガス流量			
SiH.	350sccm	3 5 0 sccm	3 5 0 sccm
He	I O O sccm	100sccm	1 0 0 sccm
В.Н.	1000ppm	2 5 ppm	Oppm
SiF.	I. 5 sccm	0. 6 sccm	O sccm
0:	1 3 sccm	6 sccm	O sccm
基体温度	350℃	350℃	250℃
圧 力	4. Omtorr	4. Omtorr	4. Omtorr
マイクロ波電力	1000W	1000W	1000M
バイアス電圧	7 O V	7 O V	7 O V
居 厚	lμm	*	*

第 7 表

	20		3 (	)	4 (	)
<b>J04層</b> の厚さ(μm)	白ポチ	ポチ製 (%)	白ポチ	ポチ影 (%)	白ポチ	ポチ段 (%;
5	×	25	×	30	×	3.0
6	Δ	5	×	30	×	25
9	Δ	5	Δ	5	×	30
10	O	0	Δ	ın	×	35
1 2	С	0	Δ	ī	Δ	5
15	С	0	0	0	Δ	5
2 0	C	0	0	0	С	0
30	-	_	0	0	C	0
4 0	-	-	-	_	С	0

### ※ 本文中に記載

第 8 表

形構成 成膜条件	103	104	105
原料ガス流量	-		
SiH.	3 5 O sccm	3 5 0 sccn	7 ()sccm
He	1 0 0 sccm	1 0 0 sccm	1 0 0 sccm
Винь	1000ppm	4 Oppm	Oppm
CH.	1 5 O sccm	О ѕссл	3 5 O sccm
SiF.	Oscan	1 sccm	Osccm
0,	O sccm	1 O sccm	Osccm
基体温度	250℃	360℃	250℃
圧力	4. Omtorr	4. Omtorr	4. Omtorr
マイクロ波電力	1000W	1000W	1000W
バイアス電圧	7 O V	7 O V	7 O V
<b>屋</b> 座	3 4 m	20μπ	O. 5μm

第 9 表

層構成 成膜条件	503	504	505
原料ガス流量			
SiH.	1000sccm	2000sccm	1000sccm
B 2 H e	200 ppm	O. 1ppm	O ppm
СН	Oscom	Oscom	4 0 0 0 sccm
基体温度	300℃	300℃	300℃
圧力	O. Storr	0. 5 სიი	O. Storr
RF電力	500W	1000W	500W
層 厚	0.5µm	48µm	2. Ομπ

第10表

	実施例本 比較例 1		比較例2
細線再現性	C	С	Δ
白地かぶり	ε	C	· 🛆
画像むら	5	С	0
白ポチ	0	С	Δ
耐久性	C	Δ	Δ
ポチ影	0 %	30%	40%
サービス性	0	Δ	Δ

第11度

	形構成 成膜条件	103	104	1 0 5 (A)	105(B)
	原料ガス流量				
	SiH.	400 sccm	300 sccm	300 sccm	70 sccm
	Не	2000 sccm	2000 sccm	2000 sccm	2000 sccm
	ВзНа	1000 ppm	25 ppm	1 ppm	0 ppm
į	C H.	0 sccm	0 sccm	0 sccm	500 sccm
	SiF.	0 sccm	l sccm	0 sccm	30 sccm
	02	30 sccm	5 sccm	0 sccm	0 sccm
	基体温度	300℃	350 ℃	340 ℃	340 ℃
0	圧力	10mtorr	10mtorr	10mtorr	10mtorr
	マイクロ波電力	1000 W	1000 W	1000 W	1000 W
	バイアス電圧	100 V	70 V	70 V	70 V
	層 單	3 µm	20 µm	5 μπ	0.5 μπ

第12表

成膜条件	104 (A)	104 (B)	105
原料ガス流量			
SiH.	3 5 O sccm	3 5 Osccm	7 Oscom
Не	1 0 0 sccm	i O O sccm	1 0 0 sccm
В.Н.	і ОООррт	1.2 ppm	Oppm
CH.	O sccm	Osccm	3 5 0 sccm
SiF.	l sccm	l sccm	Osccm
co.	4 sccm	4 sccm	Osccm
基体温度	350℃	360℃	340℃
圧力	4. Omtorr	4. Omtort	4. Omtorr
マイクロ波電力	1000W	1000W	1000W
バイアス電圧	7 O V	7 O V	7 O V
唐 堕	3 µ m	2 O μm	0. 5μπ

#### [発明の効果]

本発明の電子写真感光体製造方法で製造された電子写真感光体は、たとえその堆積膜形成時に表面に異物が付着して球状突起として成長しても、白ポチとして画像欠陥に現われず且つ使用中に増加することもない、更にポチ影として現われるものはすべて初期の検査工程に於て予め遊別できる、この為、非常に画質の良く、画質の安定した電子写真感光体を歩留まり良く供給することができる。

又、本発明の電子写真感光体製造方法で製造された電子写真感光体は、複写機、ブリンター等で使用中にブレード、分離爪などの消耗が少ないため、サービスコスト低減に大きな効果がある。

#### 4. 図面の簡単な説明

第1-8図~第1-8図はそれぞれ本発明の電子写真感光体製造方法により製造された本発明の電子写真感光体の模式断面図を示す。

第2-a図の模式艇断面図、第2-b図の模式 横断面図は、従来及び本発明の電子写真感光体製 造方法におけるマイクロ波プラズマCVD法により円筒形基体上に堆積膜を形成するために用いることのできる堆積膜形成装置を示す。

第3 図及び第4 図は本発明に於ける電子写真感光体製造方法により、本発明の電子写真感光体に堆積膜形成後、堆積膜の球状突起の処理を行うための研磨装置の概略図である。

第5 - a 図~第5 - c 図はそれぞれ従来の電子写真感光体の模式断面図である。

第6図は電子写真感光体を作製するため、RFブラズマCVD法により円筒形基体上に堆積膜を形成するために用いることのできる堆積膜形成装置の概略図である。

第7図は電子写真感光体を製造するに使用する 研磨装置図である。

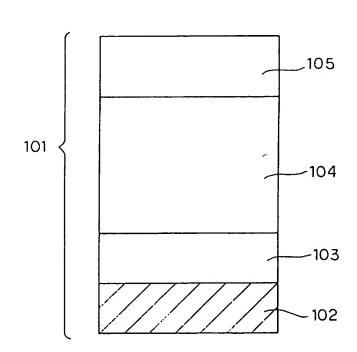
- 101…本発明による電子写真感光体の断面
- 102.502…基体
- 104…特定の成膜条件により形成された層
- 103、105…その他の条件により形成され

た層

- 201.601…反応容器
- 202…マイクロ波導入窓
- 203…導波管
- 204.604…排気管
- 205、605…基体
- 206、606…放電空間
- 207.607…ヒーター
- 209、609…回転軸
- 210.610 ... モークー
- 2 1 1 … 直流電源
- 212…パイアス電極
- 301、401、701…研磨装置
- 302.402…研磨ユニット
- 303,403 ... クランブ
- 304.404…支持体
- 305、405、705…電子写真感光体
- 306.406.706 ... シャフト
- 307…圧接ローラー
- 308…研磨テーブ
- 309,409 ... パネ

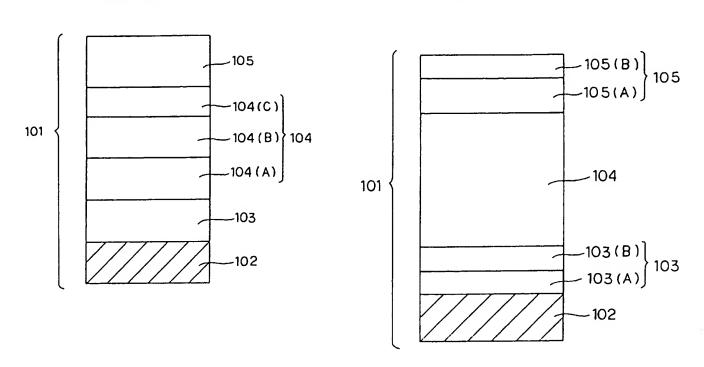
- 310.410 ... モーター
- 311.411.711 ... モーター
- 4 0 7 … 研磨ローラー
- 408 ... タンク
- 4 1 3 … 研磨液
- 414 ... バルブ
- 4 1 5 … 注入管
- 501…従来の電子写真感光体の断面
- 503…電荷注入阻止層
- 5 0 4 … 光導電層
- 505…表面保護層
- 506…電荷輸送層
- 507…電荷発生層
- 602…RF電源
- 603…原料ガス導入管
- 608…絶縁がいし
- 702…押し当て機構
- 707…研磨布.

## 第 1-a 図



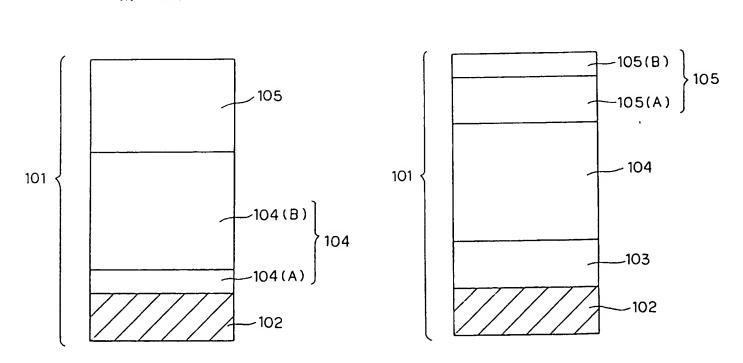
第 1-b 図

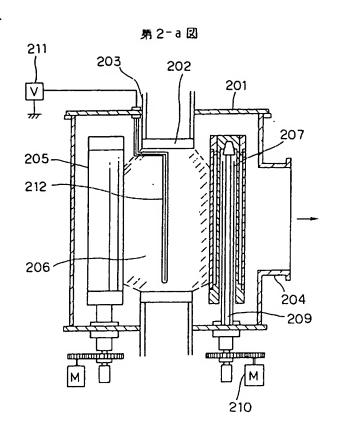
第1-c図

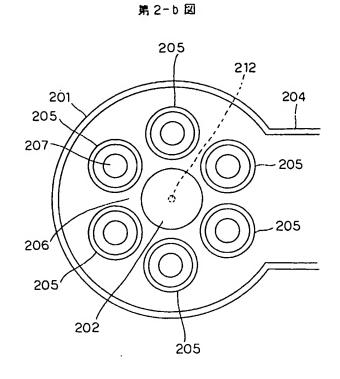


第1-0図

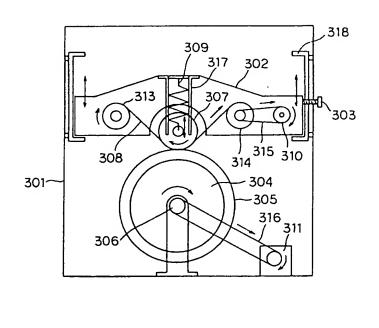
第1-e 図



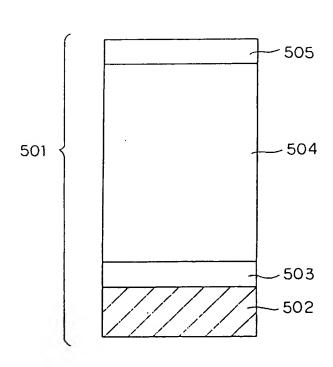




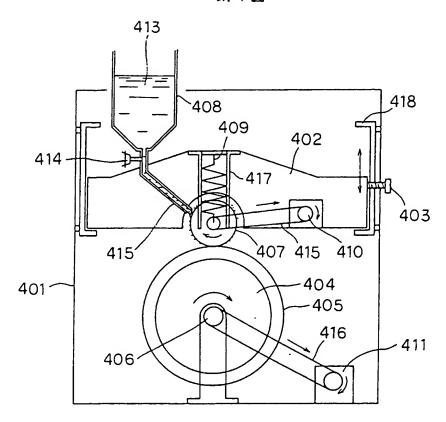
第3図



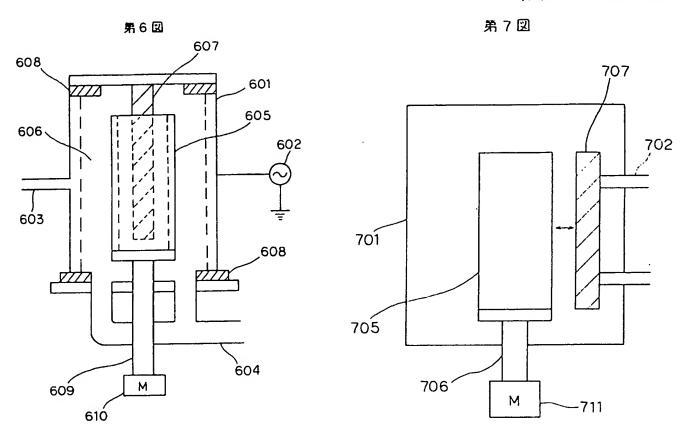
第5-a 図



第4図



第5-b 図 第5-c 図 



# This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning Operations and is not part of the Official Record

# **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

☐ BLACK BORDERS
MAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
FADED TEXT OR DRAWING
☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
□ OTHER:

# IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.